

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-241935

(43)Date of publication of application : 11.09.1998

(51)Int.Cl.

H01F 10/08

G11B 5/66

G11B 5/85

H01F 41/18

(21)Application number : 09-046684

(71)Applicant : TOSHIBA CORP

(22)Date of filing : 28.02.1997

(72)Inventor : OGIWARA HIDEO

YUZUSU KEIICHIROU

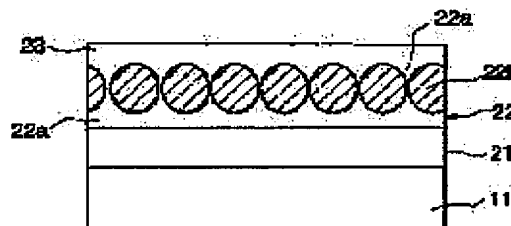
ICHIHARA KATSUTARO

## (54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND ITS MANUFACTURE

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a magnetic recording medium which does not produce much noise, has high resolution, an average particle diameter which is controlled to reduce particle size fluctuation, an appropriate Hc (coercive force), and an improved S\* (coercive force squareness ratio).

**SOLUTION:** A magnetic recording medium has a base layer 21 and a magnetic thin film 22 in which magnetic particles 22b are scattered in a nonmagnetic base material 22a on a substrate 11. In a method for manufacturing the medium, the magnetic particles 22b are deposited on the base layer 21 in a state where the main component of the nonmagnetic base material 22a is preferentially deposited on the base layer 21 material by supplying the main component of the base layer 21 and the raw material of the magnetic particles 22b and accelerating the surface movement of the material to be deposited on the base layer 21 after the base layer 21 is formed. Therefore, a magnetic recording medium having the magnetic thin film 22 formed by selectively depositing the nonmagnetic base material 22a on the base layer 21 containing the nonmagnetic base material as a main component and depositing the magnetic particles 22b and the nonmagnetic base material 22a on the selectively deposited nonmagnetic base material 22a is obtained.



### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 06.09.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 13.01.2004

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]  
[Date of registration]  
[Number of appeal against examiner's decision  
of rejection]  
[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]  
[Date of extinction of right]

Copyright (C): 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-241935

(43)公開日 平成10年(1998) 9月11日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup> 識別記号

H 0 1 F 10/08

G 1 1 B 5/66

5/85

H 0 1 F 41/18

F I

H 0 1 F 10/08

G 1 1 B 5/66

5/85

H 0 1 F 41/18

Z

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 8 頁)

(21)出願番号 特願平9-46684

(22)出願日 平成9年(1997) 2月28日

(71)出願人 000003078

株式会社東芝

神奈川県川崎市幸区堀川町72番地

(72)発明者 荻原 英夫

神奈川県川崎市幸区小向東芝町1番地 株

式会社東芝研究開発センター内

(72)発明者 柚須 圭一郎

神奈川県川崎市幸区小向東芝町1番地 株

式会社東芝研究開発センター内

(72)発明者 市原 勝太郎

神奈川県川崎市幸区柳町70番地 株式会

社東芝柳町工場内

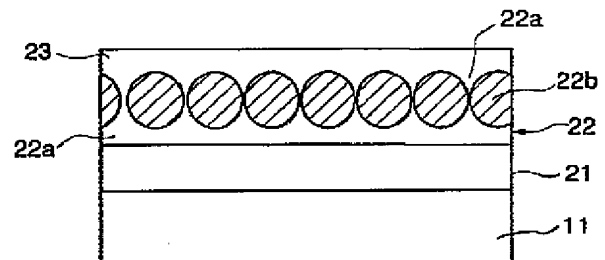
(74)代理人 弁理士 鈴江 武彦 (外6名)

(54)【発明の名称】 磁気記録媒体およびその製造方法

(57)【要約】

【課題】 低ノイズ、高分解能で、しかも平均粒径が制御され粒径ばらつきが少なく、H<sub>c</sub>が適正化され、S<sub>N</sub>が向上した磁気記録媒体を提供する。

【解決手段】 基材(11)上に、下地層(21)と、非磁性母材(22a)中に磁性粒子(22b)が分散した磁性薄膜(22)とを有する磁気記録媒体を製造するにあたり、下地層を形成した後、下地層の主成分および磁性粒子の原料を供給するとともに、下地層上に被着する物質の表面移動を促進させ、下地層上に非磁性母材の主成分を優先的に被着させた状態で磁性粒子を析出させることにより、下地層および非磁性母材の主成分が同一の材料であり、下地層上に非磁性母材が選択的に析出し、その上に磁性粒子および非磁性母材が析出した構造を有する磁性薄膜(22)を有する磁気記録媒体を製造する。



ている。C rの析出量を制御するために、下地層にコー  
シ状に成長させたC rを用いたり、磁性膜の成膜時に基  
板を加熱して相分離を促進させることが行なわれてい

る。しかし、このような微細構造を有するメタルパッ  
タ媒体では、粒間相互作用の分断は不十分であり、数十  
個～数百個の磁性粒子の集合体（磁気クラスター）が磁  
化反転の最小単位となっている。このことは、メタル  
パッタ媒体の媒体ノイズを上昇させ、分解能を低下させ  
る要因となっている。

【0005】近年、粒間相互作用を低減でき、しかも薄

膜化および高出力特性を実現できる磁気記録媒体とし  
て、グラニュー構造の媒体が注目されている。グラニ  
ュー媒体は、磁性粒子と非磁性材料との複合材料であ  
り、非磁性体中に所定の大きさの磁性粒子が孤立分散し  
た微細構造を有する。グラニュー媒体では非磁性体の  
網目構造により磁性粒子を効果的に分離できるので、磁  
化反転単位を物理的な磁性粒子1つの大きさにすること  
が可能になる。特に、非磁性体として非導電性材料を用  
いれば、伝導電子を介した粒間交換相互作用も抑制でき  
るので、磁性体の体積比を50%程度に高く設定して

も、低ノイズと高出力を両立しやすい。しかも、グラニ  
ュー媒体は、メタルパッタ媒体と同様に、量産性の  
高いスパッタリング法で作製することができる。具体的  
には、磁性体ターゲットと非磁性体ターゲットをA rガ  
ス中で同時スパッタする方法、磁性体と非磁性体とから  
なるコンボジットターゲットをスパッタする方法など  
を用いることができる。

【0006】このようなグラニュー媒体においては、  
平均粒径を適正化し、粒径のばらつきを少なくすること  
が重要である。平均粒径は高い線密度に十分対応できる  
程度に小さく、熱擾乱に十分耐え得る程度に大きいこと  
が望ましい。また、粒径のばらつきは保磁力角形比（S  
）の低下を招き、飽和記録に必要な磁界を増加させる  
ため好ましくない。しかし、従来のグラニュー媒体で  
は、下地、母材および成膜プロセスに対する吟味が不十  
分であったため、平均粒径を適正化し、粒径のばらつき  
を少なくすることが困難であった。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、低ノ  
イズ、高分解能で、しかも平均粒径が制御され粒径ばら  
つきが少なく、H cが適正化され、S\*が向上した磁気  
記録媒体を提供することにある。また、本発明の他の目  
的は、このような磁気記録媒体を制御性よく製造できる  
方法を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明の磁気記録媒体  
は、基材上に、下地層と、非磁性母材中に磁性粒子が分  
散した磁性薄膜とを有する磁気記録媒体において、前記  
下地層および非磁性母材の主成分が同一の材料であり、  
下地層上に非磁性母材が選択的に析出し、その上に磁性

【特許請求の範囲】

【請求項1】 基材上に、下地層と、非磁性母材中に磁  
性粒子が分散した磁性薄膜とを有する磁気記録媒体にお  
いて、前記下地層および非磁性母材の主成分が同一の材  
料であり、下地層上に非磁性母材が選択的に析出し、そ  
の上に磁性粒子および非磁性母材が析出した構造を有す  
ることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項2】 基材上に、下地層と、非磁性母材中に磁

性粒子が分散した磁性薄膜とを有する磁気記録媒体を製  
造するにあたり、下地層を形成した後、下地層の主成分  
および磁性粒子の原料を供給するとともに、下地層上に  
被着する物質の表面移動を促進させ、下地層上に非磁性  
母材の主成分を優先的に被着させた状態で磁性粒子を析  
出させることを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項3】 基材上に、非磁性母材中に磁性粒子が分  
散した磁性薄膜を有する磁気記録媒体を製造するにあつ  
り、磁性薄膜成膜時に基板バイアスを印加し、成膜中に  
基板バイアスを低下させることを特徴とする磁気記録媒

体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は磁気ディスク装置に  
搭載される磁気記録媒体およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】ハードディスクドライブ（HDD）に代  
表される磁気ディスク装置は、大容量性、高速アクセス  
性および高速データ転送性を兼ね備える周辺記憶装置であ  
り、大型計算機、サーバなどの商用システムから、パー  
ソナルコンピュータなどの個人用情報システムに幅広く  
利用されている。さらに、動画像を中心とするデータ量  
の増大から、HDDに対する記憶容量増加の要請は大き  
い。HDDの記憶容量を増加するためには、媒体の面記  
録密度を向上させる必要がある。一方、高密度化につれ  
て記録ビットが非常に小さくなるため、高感度な磁気抵  
抗効果型の再生ヘッドを用いて再生が行なわれるように  
なっている。しかし、高感度の再生ヘッドを用いる  
と、媒体ノイズの影響が顕著になるため、今後の磁気記  
録の発展には、媒体ノイズを低減させることが重要な課  
題となる。

【0003】高密度・低ノイズを実現するためには、磁  
性薄膜中で磁性粒子間の交換相互作用を十分に分断する  
必要がある。粒間相互作用を減少させることは、磁性薄  
膜全体のH cが増加し、高分解能が得られる急峻な磁化  
転移を形成でき、しかも磁化転移部の形状が良好にな  
り、媒体ノイズが低減する。

【0004】磁性粒子間の交換相互作用を分断するため  
には、磁性粒子間に非磁性体を介在させて、物理的に磁  
性粒子を分離する方法が効果的である。例えば、メタル  
スパッタ媒体では、C o-C r系合金ターゲットをA r  
ガス中でスパッタし、C o結晶粒子間にC rを析出させ

粒子および非磁性母材が析出した構造を有することを特徴とするものである。

【0009】本発明の磁気記録媒体の製造方法は、基材上に、下地層と、非磁性母材中に磁性粒子が分散した磁性薄膜とを有する磁気記録媒体を製造するにあたり、下地層を形成した後、下地層の主成分および磁性粒子の原料を供給するとともに、下地層上に被着する物質の表面移動を促進させ、下地層上に非磁性母材の主成分を優先的に被着させた状態で磁性粒子を析出させることを特徴とするものである。

【0010】本発明の他の磁気記録媒体の製造方法は、基材上に、非磁性母材中に磁性粒子が分散した磁性薄膜を有する磁気記録媒体を製造するにあたり、磁性薄膜成膜時に基板バイアスを印加し、成膜中に基板バイアスを低下させることを特徴とするものである。

【0011】

【発明の実施の形態】以下、本発明をさらに詳細に説明する。本発明の磁気記録媒体を構成する磁性薄膜は、非磁性母材中に磁性粒子が孤立して分散した微細構造を有する。すなわち、非磁性体のネットワーク中に磁性粒子が形成され、粒間交換相互作用が実質的に分断され、磁化反転単位が物理的な粒子の大きさとほぼ一致している構造を意味する。

【0012】本発明の1つの方法では、基材上に下地層を形成した後、下地層の主成分および磁性粒子の原料を供給するとともに、下地層上に被着する物質の表面移動を促進させ、下地層上に非磁性母材の主成分を優先的に被着させた状態で磁性粒子を析出させる。したがって、この方法で成膜される磁性薄膜は、下地層および非磁性母材の主成分が同一の材料であり、下地層上に非磁性母材が選択的に析出し、その上に磁性粒子および非磁性母材が析出した構造を有する。

【0013】この方法は以下のような原理に基づくものである。本発明では下地層および非磁性母材の主成分を同一の材料とし、下地層上に飛来するスパッタ物質すなわち磁性粒子および非磁性母材の表面移動を促進させるようにしている。スパッタ物質の表面移動を促進させる手段としては、例えば基板にバイアス電圧を印加し、基板近傍でプラズマを生成させ、プラズマ中のイオンを加速して成長膜面に入射する方法が用いられる。また、この方法以外にも、イオン源からのイオン照射、赤外線ランプなどを用いた基板表面の加熱、またはこれらの方法を組み合わせて用いてもよい。

【0014】上記のようにスパッタ物質の表面移動を促進させると、固相と気相との界面にはスパッタ物質によって形成される液相状態が存在する。磁性薄膜成膜の開始時には、液相中の磁性粒子成分および非磁性母材成分の比率は、気相中とほぼ一致している。この比率は、ターゲット組成とターゲットを衝撃する条件で決定される。磁性薄膜成膜の初期過程においては、下地層上に飛

来した磁性粒子および非磁性母材のうち、下地層とのぬれ性に優れた母材が下地層上に優先的に析出し始める。母材成分が優先的に析出し始めると、液相中の磁性粒子成分の比率が徐々に増加する。磁性粒子成分が臨界点を超えると、母材上に磁性粒子が所定の大きさに析出し、同時に磁性粒子の間隙には母材が析出する。ここで、所定の大きさの磁性粒子とは、高線密度に十分対応できる程度に小さく、熱擾乱に十分に耐え得る程度に大きいサイズを意味する。なお、具体的な粒径範囲は、線密度の設計と、用いる磁性材料の磁気異方性エネルギーに依存する。

【0015】この方法において、基板としては、ガラス、アルミニウム、シリコン、プラスチックなどが用いられる。基板の形状は、ディスク、テープ、ドラムのいずれでもよい。磁性粒子材料としては、CoPt、CoCr、CoTaCr、CoNiCr、CoPtCr、CoNiTaなどが挙げられる。また、下地層および非磁性母材の材料としては、SiO<sub>2</sub>、SiO、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、AlN、Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>、TiN、BN、CaF<sub>2</sub>、TiF<sub>4</sub>、C、PTFE（ポリテトラフルオロエチレン）などが挙げられる。下地と母材との組み合わせは、材料もスパッタ条件も一致させるのが最も好ましいが、良好なぬれ性を維持できれば異なるスパッタ条件を用いてもよい。また、下地と母材で異なる材料を用いてもよい。なお、基板材料と母材とが同一の材料である場合には、特に下地層を設けなくてもよい。この場合、グラニュー磁性薄膜のスパッタ条件を調整して基板と形状の近い母材を形成することが好ましい。保護膜の材料は特に限定されず、母材と同一の材料を用いてもよいし、異なる材料を用いてもよい。

【0016】本発明の他の方法では、磁性薄膜成膜時に基板バイアスを印加し、成膜中に基板バイアスを低下させる。この方法において、磁性薄膜成膜初期には、磁性粒子の核生成を促進させて凝集しやすくするために、大きなパワーの基板バイアスを印加する。一方、核生成後には核生成時ほどのパワーを印加しなくても、磁性粒子は凝集する。反対に、常に大きなパワーの基板バイアスを印加していると、逆スパッタ効果が大きくなるため、基板バイアスのパワーを低下させることが効果的である。基板バイアスの大きさは、下地の有無、磁性粒子、非磁性母材のスパッタレートなどの条件で変化するが、これらを調節することによって、磁性粒子の粒径および分散性を制御することができる。また、基板バイアスの低下のさせ方に関しても、段階的に低下させてもよいし、連続的に低下させてもよい。

【0017】従来、基板バイアスを印加して磁性粒子の成長を制御する方法は知られている（例えば特開平7-98835号公報）。しかし、一般的には基板バイアスを一定に保持しているため、膜厚方向の全体にわたる粒子成長の制御は実現できていない。これは、基板または

磁性体ターゲットへの直流電流の投入を開始するとともに、基板バイアス用のRF電源を動作させた。こうして基板に所定の負バイアスを印加し、ターゲット付近は独立に基板付近にRFプラズマを生成させ、プラズマ中のイオンを基板面に入射させることにより、基板表面でのスパッタ物質の表面移動を促進させながら、下地層上に膜厚20nmの磁性薄膜(クエンチャー膜)を形成した。その後、磁性体ターゲットへの電力投入を停止し、磁性薄膜上に膜厚10nmのSiO<sub>2</sub>保護膜を形成し、磁気記録媒体を作製した。得られた磁気記録媒体をスパッタ室から取り出した。

【0022】図2に得られた磁気記録媒体の断面TEM観察による微細構造を示す。基板11上にSiO<sub>2</sub>下地層21が形成され、この下地層21上に磁性薄膜22が形成されている。この磁性薄膜22は、SiO<sub>2</sub>下地層21に近接してSiO<sub>2</sub>母材22aが優先的に析出した部分と、所定の粒径で粒径の揃ったCOP磁性粒子22bがSiO<sub>2</sub>母材22a中に均一に分散した部分とからなり、さらにその上にSiO<sub>2</sub>保護膜23が形成されている。

【0023】この磁気記録媒体について、VSMにより静磁気特性を調べた。その結果、残留磁化・膜厚積M<sub>r</sub>は0.7meu/cm<sup>2</sup>、保磁力H<sub>c</sub>は2500Oe、保磁力角形比S\*は0.8であった。

【0024】この磁気記録媒体について、スピンラマン形分のフィラック評価装置で電磁変換特性を調べた。その結果、200kfcの周波数においても、単位トラッキング当りの規格化媒体ノイズは0.01μm<sup>1/2</sup>μV/mVであった。

【0025】次に、記録磁極のBsが1.3T、トラッキング幅が1μmの記録ヘッドを用い、20nmの浮上量で記録特性を調べた。この場合、記録電流が30mAでのオーバーライト消去比は-45dBと十分な値を示した。線記録密度性能の指標となるD<sub>10</sub>値は150kfcを超えていた。

【0026】比較例1-1

磁性体ターゲットとしてCOP-20at%Pt、母材ターゲットとしてSiO<sub>2</sub>、下地ターゲットとしてCOPを置き、基板ホルダーにガラス製のフィラック基板をセットした。COP下地ターゲットにDC電力を投入して基板の上にCOP下地層を形成した後、母材ターゲットへのRF電力の投入と磁性体ターゲットへの直流電流の投入とを同時に開始した以外は、実施例1-1と同様にして、磁気記録媒体を作製した。

【0027】図3に得られた磁気記録媒体の断面TEM観察による微細構造を示す。基板11上にCOP下地層24が形成され、このCOP下地層24上に磁性薄膜22が形成されている。この磁性薄膜22は、COP下地層24に直接連結した状態で円錐状のCOP磁性粒子22aが成長した部分と、球状のCOP磁性粒子22bがS

下地層の結晶配向性やスパッタ物質とのぬれ性の影響度合いが異なるため、基板または下地層の直上での初期成長過程と、その後の成長過程とは条件が異なるためである。また、磁性薄膜の膜厚を厚くして磁性粒子が積層構造をなすようになると、各層の磁性粒子で下地の状態が異なるため、磁性粒子の粒径分布が大きくなり、膜全体での均質性が低下し、さらにオーバーライト特性が低下していった。これに対して、基板バイアスを制御する方法により、磁性粒子の成長を制御できるので、従来技術の問題点を解消できる。

【0018】この方法においても、基板、磁性粒子、非磁性母材の材料として、上述したような材料を用いることができる。なお、上述したように、この方法では下地層を設けても設けなくともよい。

【実施例】以下、本発明の実施例を図面を参照して説明する。図1は、以下の実施例において用いたワグネルロンスパッタ装置の構成図である。スパッタ室1は排気系2により排気され、ガス供給系3からスパッタ室1へスパッタリング源として磁性体ターゲット4、母材ターゲット5、下地ターゲット6が設置される。これらのターゲットホルダーにはそれぞれ電源7、8、9が接続されている。これらのターゲットに対向するように、基板ホルダー10が回転可能に支持され、この基板ホルダー10の周縁部に複数のフィラック基板11が回転可能に支持され、これらのフィラック基板11は自公転可能になっており、フィラック基板11の自公転は自公転制御系12により制御される。また、基板ホルダー10には基板バイアス用のRF電源13が接続されている。このRF電源13を成膜中に動作させると、フィラック基板11近傍でプラズマが生成し、プラズマ中のイオンが加速されて成長する膜面に入射するので、フィラック基板11上でのスパッタ物質の表面移動を促進することができ

【0020】実施例1-1

磁性体ターゲットとしてCOP-20at%Pt、母材ターゲットとしてSiO<sub>2</sub>を設置した。本実施例では、下地層および非磁性母材をSiO<sub>2</sub>で形成するので、下地ターゲットは特に設置せずに、母材ターゲットを下地ターゲットとしても用いる。また、基板ホルダーにガラス製のフィラック基板をセットした。スパッタ室を密閉し、排気系を動作させてスパッタ室内部を10<sup>-6</sup>Torrまで排気した。ガス供給系を動作させてArガスを100sccmの流量で導入し、スパッタ室内の圧力を2mTorrに設定した。自公転制御系を動作させて基板を目

【0021】まず、母材ターゲットにRF電力を投入し、基板上に膜厚50nmのSiO<sub>2</sub>下地層を形成した。次に、母材ターゲットにRF電力を投入したまま、

SiO<sub>2</sub>。母材22a中に分散した部分とからなり、さらにその上にSiO<sub>2</sub>保護膜23が形成されている。磁性薄膜22が上記のような微細構造を有するのは以下のような理由によると考えられる。すなわち、Cr下地層24に対するぬれ性はSiO<sub>2</sub>よりもCoPtの方が高い。このため、スパッタ物質が液相状態にあるときに、まずCr下地層24上にCoPtが優先的に析出して円錐状に成長し、液相中のCoPtが減少して臨界点以上になると円錐状のCoPt磁性粒子の上部にSiO<sub>2</sub>が析出し、さらに液相中のSiO<sub>2</sub>が減少して臨界点以上になると球状のCoPt磁性粒子がSiO<sub>2</sub>母材中に分散して析出する。

【0028】この磁気記録媒体の静磁気特性を調べたところ、残留磁化・膜厚積 $M_{r,t}$ は $0.7 \text{ memu/cm}^2$ 、保磁力 $H_c$ は $2000 \text{ Oe}$ 、保磁力角形比 $S^*$ は $0.65$ であった。実施例1-1と比較して $S^*$ が低いのは、形状の異なる2種類の磁性粒子が存在するためであると考えられる。実施例1-1と比較して $H_c$ が低いのは、円錐状粒子が球状粒子の成長を阻害するためであると考えられる。

【0029】この磁気記録媒体の電磁変換特性を調べたところ、 $200 \text{ kfci}$ の周波数で単位トラック当たりの規格化媒体ノイズは $0.011 \mu\text{m}^{1/2} \mu\text{V}_{rms} / \mu\text{V}_{00}$ であった。実施例1-1と比較して若干ノイズが大きいのは、Crに連結した円錐状粒子が物理的にはSiO<sub>2</sub>母材で分離されているが、Crの伝導電子を介した交換結合が作用するためであると考えられる。

【0030】次に、実施例1-1と同様にして記録磁極のBsが $1.3 \text{ T}$ 、トラック幅が $1 \mu\text{m}$ の記録ヘッドを用い、 $20 \text{ nm}$ の浮上量で記録特性を調べたところ、記録電流が $30 \text{ mA}$ でのオーバーライト消去比は $-35 \text{ dB}$ であった。記録特性は実用範囲ではあるが、実施例1-1と比較してかなり劣る。これは、保磁力が小さく記録しやすいものの、 $S^*$ が低いことから飽和記録に必要な磁界強度が大きいためである。線記録密度性能の指標となる $D_{50}$ 値は、 $H_c$ が低いことに起因して、約 $130 \text{ kfci}$ であった。

【0031】比較例1-2

この例では、Siディスク基板上に直接磁性薄膜を形成することを試みた。予備的な実験の結果、Siディスク基板上に直接磁性薄膜を形成する場合には、膜厚が $20 \text{ nm}$ 程度では十分な保磁力が得られないことが判明したので、磁性薄膜の膜厚を $50 \text{ nm}$ に設定した。この場合、下地層の形成を行わなかった以外は実施例1-1と同様にして磁気記録媒体を作製した。

【0032】図4に得られた磁気記録媒体の断面TEM観察による微細構造を示す。基板11上に形成された磁性薄膜22は、基板11上に近接してSiO<sub>2</sub>母材22aが優先的に析出した部分と、SiO<sub>2</sub>母材22a中に粒径の小さいCoPt磁性粒子22bが分散して3層

度積層された部分とからなっていた。最上層のCoPt磁性粒子22bの粒径は実施例1-1とほぼ同程度であったが、基板11に近接した部分のCoPt磁性粒子22bの粒径は非常に小さかった。この場合、Si基板に対するぬれ性はCoPtよりもSiO<sub>2</sub>の方が高いため、成長初期段階で基板上にSiO<sub>2</sub>が優先析出するが、実施例1-1の場合ほど優先的に析出するわけではなく、SiO<sub>2</sub>が十分に析出する前にCoPt粒子が析出し始める。このように液相中のCoPt量が十分増加する前にCoPtが析出するため、1層目のCoPt磁性粒子は粒径が非常に小さい。この段階ではSiO<sub>2</sub>母材が下地としての役目を果たすため、2層目のCoPt磁性粒子は1層目よりも粒径が大きくなる。同様に、3層目のCoPt磁性粒子は2層目よりも粒径が大きくなる。

【0033】この磁気記録媒体の静磁気特性を調べたところ、残留磁化・膜厚積 $M_{r,t}$ は $1.2 \text{ memu/cm}^2$ 、保磁力 $H_c$ は $2000 \text{ Oe}$ 、保磁力角形比 $S^*$ は $0.4$ であった。 $S^*$ が非常に小さいのは、上記のような微細構造に起因している。また、磁性薄膜の膜厚が $50 \text{ nm}$ と厚いにもかかわらず、1層目のCoPt磁性粒子が超常磁性的に振る舞うため、 $M_{r,t}$ はそれほど大きくない。 $H_c$ は、3層目に関しては実施例1-1と同程度の $2500 \text{ Oe}$ のレベルと思われるが、1層目および2層目の影響により小さくなっている。

【0034】この磁気記録媒体の電磁変換特性を調べたところ、 $120 \text{ kfci}$ の周波数で単位トラック当たりの規格化媒体ノイズは $0.01 \mu\text{m}^{1/2} \mu\text{V}_{rms} / \mu\text{V}_{00}$ 未満であった。なお、記録周波数を低くしているのは、 $M_{r,t}$ を実施例1-1ほど小さくできないため、記録分解能が低いことによる。

【0035】次に、実施例1-1と同様にして記録磁極のBsが $1.3 \text{ T}$ 、トラック幅が $1 \mu\text{m}$ の記録ヘッドを用い、 $20 \text{ nm}$ の浮上量で記録特性を調べたところ、記録電流が $30 \text{ mA}$ でのオーバーライト消去比は $-25 \text{ dB}$ であり、実用範囲には達しなかった。これは、保磁力が小さく記録しやすいものの、 $S^*$ が非常に低いことから飽和記録に必要な磁界強度が大きいためである。線記録密度性能の指標となる $D_{50}$ 値は、 $H_c$ が低いことに起因して、約 $90 \text{ kfci}$ であった。

【0036】比較例1-3

この例では、基板バイアスを印加しなかった以外は実施例1-1と同様にして磁気記録媒体を作製した。また、磁性薄膜の膜厚は、比較例1-2と同じく $50 \text{ nm}$ とした。

【0037】図5に得られた磁気記録媒体の断面TEM観察による微細構造を示す。基板11上にSiO<sub>2</sub>下地層21が形成され、その上に磁性薄膜22が形成されている。この磁性薄膜22の下地層21に接する部分にはSiO<sub>2</sub>母材22aおよびCoPt磁性粒子22bの両

10

20

30

40

50

0<sup>-14</sup> emuであった。

【0045】実施例2-4

COPtとS<sub>1</sub>O<sub>2</sub>の二元同時スバツタを12分間つづける間に、基板バイアスを最初の2分間は600W、次の5分間は400Wとした後、300Wまで減少させて、膜厚32nmの磁性薄膜を形成した以外は実施例2-1と同様にして磁気記録媒体を作製した。

【0046】この磁気記録媒体の構造を断面TEM観察したところ、図7に示すように、COPt磁性粒子22bの層は2層になっており、1層目は基板に接し、2層目は1層目の磁性粒子上にS<sub>1</sub>O<sub>2</sub>母材22aを介して積層された構造になっていた。COPt磁性粒子の粒径は1層目、2層目とも約7nmであった。Hcは1700Oe、M<sub>r</sub>tは1.1memu/cm<sup>2</sup>、V<sub>15b</sub>は0.09×10<sup>-14</sup> emuであった。

【0047】実施例2-5

COPtとS<sub>1</sub>O<sub>2</sub>の二元同時スバツタを12分間つづける間に、基板バイアスを最初の2分間は600Wとし、その後基板バイアスを徐々に低下させて成膜終了時にバイアス0Wになるようにした以外は実施例2-4と同様にして磁気記録媒体を作製した。この場合、基板上に柱状構円体粒子が膜厚方向に延びて成長していた。Hcは1900Oe、M<sub>r</sub>tは1.2memu/cm<sup>2</sup>、V<sub>15b</sub>は0.15×10<sup>-14</sup> emuであった。

【0048】実施例2-6

磁性薄膜を成膜する前に、膜厚60nmのCr下地層を形成した以外は、実施例2-1と同様にして磁気記録媒体を作製した。磁性薄膜の構造は実施例2-1とほぼ同様であり、COPt磁性粒子の粒径は約7nmであった。Hcは2500Oe、M<sub>r</sub>tは0.55memu/cm<sup>2</sup>、V<sub>15b</sub>は0.09×10<sup>-14</sup> emuであった。

【0049】比較例2-1

基板上に、60nmのCr下地層、10nmの金属磁性薄膜、10nmのカーボン保護膜を成膜して磁気記録媒体を作製した。Cr下地層上の金属磁性薄膜は柱状の磁性粒子が成長し、磁性粒子どうしがほとんど接した構造を有していた。Hcは2500Oe、M<sub>r</sub>tは0.57memu/cm<sup>2</sup>、V<sub>15b</sub>は2.0×10<sup>-14</sup> emuであった。

【0050】比較例2-2

磁性薄膜の成膜中に400Wの基板バイアスを印加しつつけた以外は実施例2-1と同様にして磁気記録媒体を作製した。成膜された磁性薄膜は構造的には実施例2-1と同様であったが、COPt磁性粒子の粒径は5nm以下であった。Hcは1500Oe、M<sub>r</sub>tは0.52memu/cm<sup>2</sup>、V<sub>15b</sub>は0.06×10<sup>-14</sup> emuであった。

【0051】以上の結果を評価すると以下のようなことがいえる。実施例2-1は膜厚が薄く、M<sub>r</sub>tが比較例2-2のグラニュー媒体よりも小さいにもかかわらず、

方が存在し、S<sub>1</sub>O<sub>2</sub>母材22a中に分散するCOPt磁性粒子22bの粒径は5nm未満と非常に小さかった。このように、基板バイアスを印加しない場合には、下地層と母材に同種の材料を用いても、下地層上に磁性粒子が点在し、しかも所定の粒径が得られない。

【0038】この磁気記録媒体の静磁気特性を調べたところ、超常磁性的であった。このため、テラス評価も実施不能であった。

実施例2-1

マグネトロンスバツタ装置に、COPt合金ターゲット、S<sub>1</sub>O<sub>2</sub>ターゲット、2.5インチ径のガラス基板を設置した。Arガス2mTorrの雰囲気中で、基板に600WのRFバイアスを印加した状態で、COPt合金ターゲットに0.5Aの直流スバツタ電流を投入し、S<sub>1</sub>O<sub>2</sub>ターゲットに600WのRF電力を投入して、二元同時スバツタを開始した。二元同時スバツタを7分間つづける間に、600Wの基板バイアスを最初の2分間だけ印加した後に停止する操作を行い、膜厚15nmの磁性薄膜を形成した。次に、磁性薄膜上にカーボン保護膜を10nm成膜して磁気記録媒体を作製した。

【0039】この磁気記録媒体の構造を断面TEM観察したところ、基板11に接して粒径6nm程度のCOPt磁性粒子22bが成長し、その上にも粒径5nm以下のCOPt磁性粒子22bが生成しており、その周囲はS<sub>1</sub>O<sub>2</sub>母材22aによって包囲されていた。

【0040】得られた磁気記録媒体の静磁気特性および活性化磁気モーメントをVSMを用いて測定した。Hcは1500Oe、M<sub>r</sub>tは0.35memu/cm<sup>2</sup>であった。活性化磁気モーメントV<sub>15b</sub>は0.06×10<sup>-14</sup> emuであった。

【0041】実施例2-2

磁性薄膜の成膜時に、基板バイアスを最初の2分間は600Wとし、その後400Wに減少させた以外は実施例2-1と同様にして磁気記録媒体を作製した。

【0042】この磁気記録媒体の構造を断面TEM観察したところ、図6に示すように、COPt磁性粒子22bは粒径が約9nmで実施例2-1の場合よりも大きく、COPt磁性粒子の層は1層だけであった。Hcは2000Oe、M<sub>r</sub>tは0.58memu/cm<sup>2</sup>、V<sub>15b</sub>は0.08×10<sup>-14</sup> emuであった。

【0043】実施例2-3

磁性薄膜の成膜時に、最初1分間は基板バイアスを印加せず、その後600Wの基板バイアスを1分間印加した後、基板バイアスを400Wに減少させた以外は実施例2-1と同様にして磁気記録媒体を作製した。

【0044】COPt磁性粒子は粒径が約8nmで、COPt磁性粒子の層は1層だけであった。また、基板と磁性粒子の層との間にもS<sub>1</sub>O<sub>2</sub>が介在し、基板と磁性粒子とは非接触になっていた。Hcは2100Oe、M<sub>r</sub>tは0.55memu/cm<sup>2</sup>、V<sub>15b</sub>は0.08×10<sup>-14</sup> emuであった。



保磁力 $H_c$ は比較例2-2と同程度である。実施例2-2は粒子成長が促進されているため、比較例2-2のグラニュー媒体と比較して、 $H_c$ が約5000e大きくになっている。実施例2-4は膜厚が厚いが、膜厚方向に積層された2層の磁性粒子ともに粒径が比較的大きく、3次元的な分散性が良好である。また、磁性粒子が積層されているにもかかわらず、活性化磁気モーメント $v_{rsb}$ は磁性粒子が単層の場合とほぼ等しい値をとることからも、分散性が良好であることがわかる。実施例2-5の結果からは、磁性粒子の形状を円柱状または楕円体にしても、静磁気特性をほとんど変えないように制御できることがわかる。実施例2-6はCr下地層の結晶性を利用して磁性薄膜の結晶配向性を向上させているので、 $H_c$ が25000eに向上している。

【0052】次に、各磁気記録媒体について、スピンスタンド形のディスク評価装置で電磁変換特性を調べた。記録にMIGヘッド（ギャップ長0.3 $\mu$ m、トラック幅4.0 $\mu$ m）、再生にMRヘッド（ギャップ長0.14 $\mu$ m、トラック幅2.7 $\mu$ m）を用い、浮上量40nmで測定した。記録密度150kfc/iで記録した信号の規格化媒体ノイズは、実施例2-1～6で0.015～0.02 $\mu$ m<sup>1/2</sup>  $\mu$ V<sub>rs</sub> /  $\mu$ V<sub>ps</sub>、比較例2-2（従来のグラニュー媒体）で0.02 $\mu$ m<sup>1/2</sup>  $\mu$ V<sub>rs</sub> /  $\mu$ V<sub>ps</sub>と低ノイズを示したが、比較例2-1（金属薄膜媒体）では0.025 $\mu$ m<sup>1/2</sup>  $\mu$ V<sub>rs</sub> /  $\mu$ V<sub>ps</sub>とややノイズが大きかった。

【0053】さらに、記録密度20kfc/iで記録した上に、80kfc/iで記録したときのオーバーライト消去率を測定した。すべてのディスクに関して、記録電流20mAで-35dB以上と良好な値を示した。実施例2-4は、磁性粒子が膜厚方向に三次元的に分散した微細構造を有するにもかかわらずオーバーライト特性が良好であり、膜厚方向の分散性が制御できていることが示\*

＊された。以上のように、成膜中の基板バイアスを制御することにより、低ノイズで、かつオーバーライト特性に優れた磁気記録媒体を製造できることがわかった。

【0054】

【発明の効果】以上詳述したように本発明によれば、低ノイズ、高分解能で、しかも平均粒径が制御され粒径ばらつきが少なく、 $H_c$ が適正化され、 $S^*$ が向上した磁気記録媒体を提供できる。

【図面の簡単な説明】

10 【図1】本発明の実施例において用いたスパッタリング装置の構成図。

【図2】実施例1-1の磁気記録媒体の断面図。

【図3】比較例1-1の磁気記録媒体の断面図。

【図4】比較例1-2の磁気記録媒体の断面図。

【図5】比較例1-3の磁気記録媒体の断面図。

【図6】実施例2-2の磁気記録媒体の断面図。

【図7】実施例2-4の磁気記録媒体の断面図。

【符号の説明】

1…スパッタ室

2…排気系

3…ガス供給系

4…磁性体ターゲット

5…母材ターゲット

6…下地ターゲット

7、8、9…電源

10…基板ホルダ

11…ディスク基板

12…自公転制御系

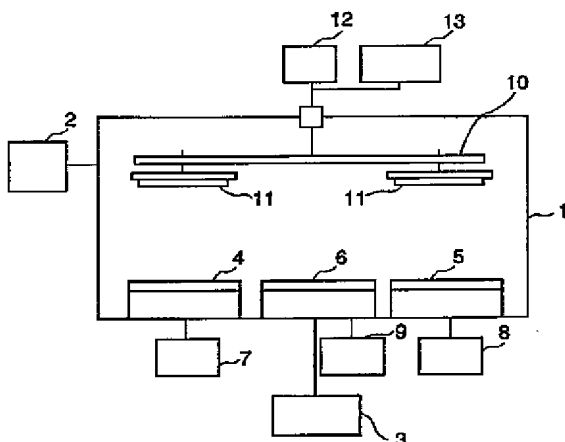
13…RF電源

20 21、24…下地層

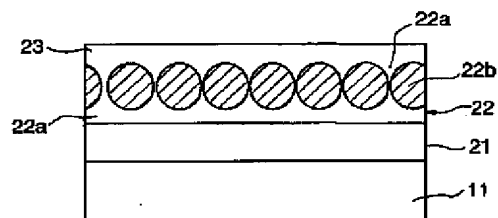
22…磁性薄膜、22a…非磁性母材、22b…磁性粒子

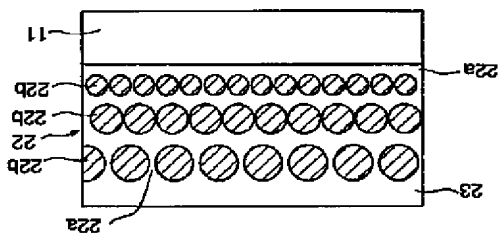
23…保護膜

【図1】

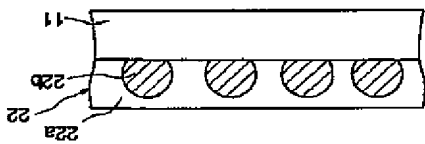


【図2】

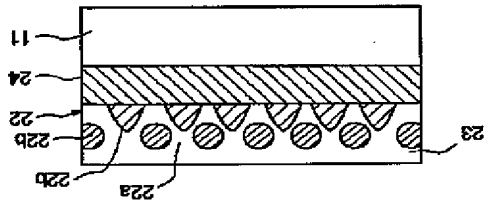




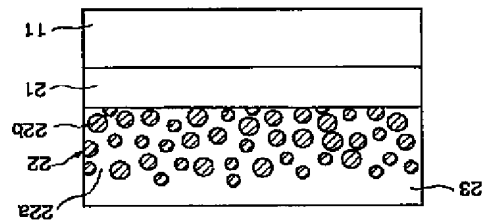
【図4】



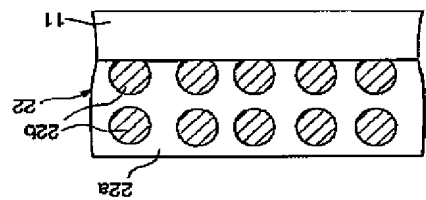
【図6】



【図3】



【図5】



【図7】